

PATENT

(Practitioner's Docket No. IN- 5443)

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of

Wolfgang DUSCHEK and Bernd BIALLAS

US Serial No. Herewith

Filed: January 4, 2001

Group Art Unit: Not Assigned

Examiner: Not Assigned

For: Method For Determining Direction-Dependent Properties Of Enamels

Assistant Commissioner of Patents
Washington, D.C. 20231EXPRESS MAIL CERTIFICATE"Express Mail" label number EK560159257US Date of Deposit January 4, 2001

I hereby certify that the following attached paper or fee

☐ English Application PCT/EP 99/04497Specification on pages; claims on pages;
the abstract on page(s); drawings on page(s).☐ German Application PCT/EP 99/04497Specification on pages; claims on pages;
the abstract on page(s); drawings on page(s).☒ Cover page of Priority Document Page(s)☐ Information Disclosure Statement
From PTO-1449
Cited References

is being deposited with the United States Postal Service "Express Mail Post Office to Addressee" service under 37 CFR 1.10 on the date indicated above and is addressed to the Assistant Commissioner for Patents, Washington, D.C. 20231.

Mailer

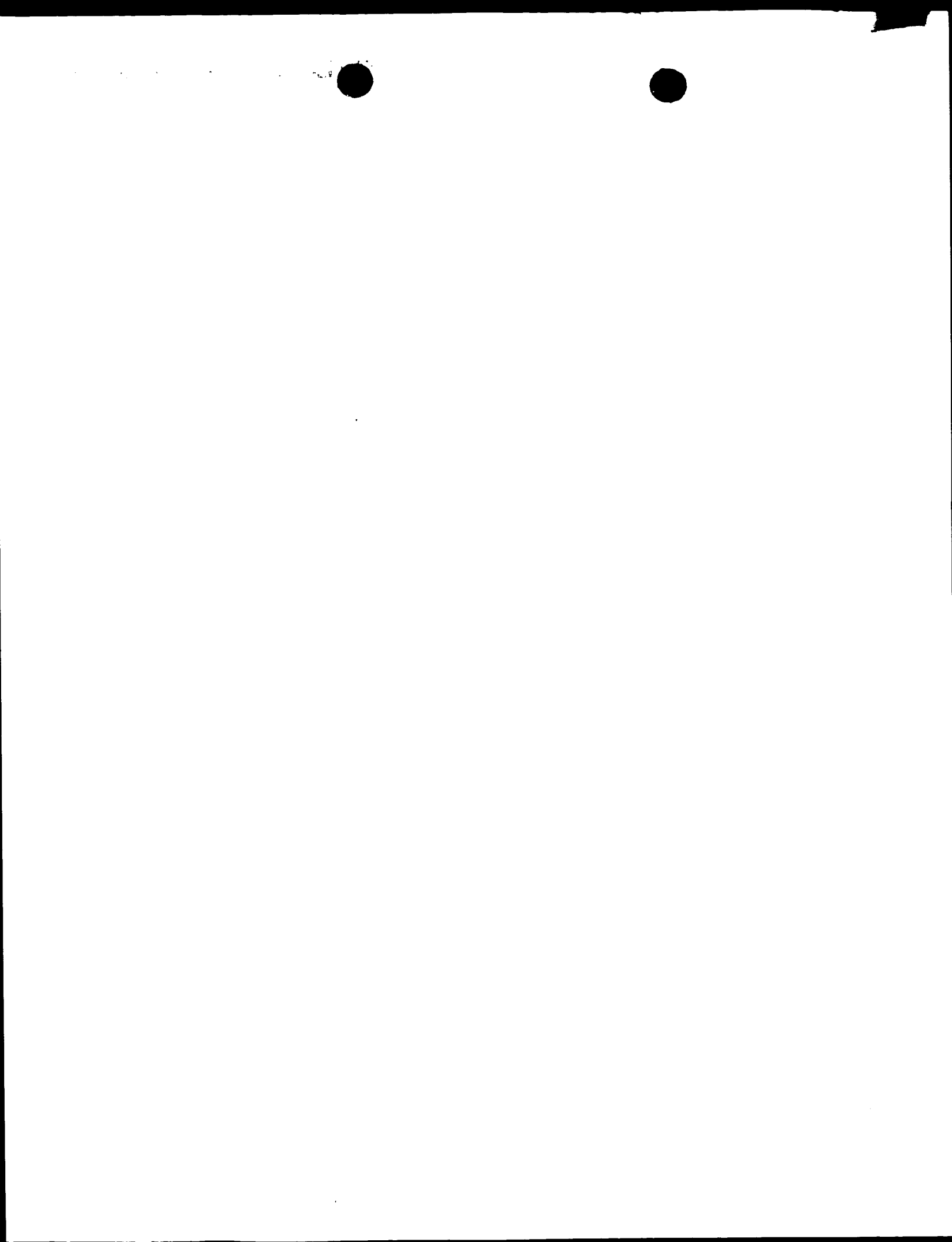
(Typed or printed name of person mailing paper or fee)


Signature of person mailing paper or fee)

Note: Each paper must have its own certificate and the "Express Mail" label number as a part thereof or attached thereto. When, as here, the certification is presented on a separate sheet, that sheet must (1) be signed and (2) fully identify and be securely attached to the paper or fee it accompanies. Identification should include the serial number and filing date of the application as well as the type of paper being filed, e.g.

complete application, specification and drawings, responses to rejection or refusal, notice of appeal, etc. if the serial number of the application is not known, the identification should include at least the name of the inventor(s) and the title of the invention.

Note: The label number need not be placed on each page. It should, however, be placed on the first page of each separate document, such as, a new application, amendment, assignment, and transmittal letter for a fee, along with the certificate of mailing by "Express Mail." Although the label number may be on checks, such a practice is not required. In order not to deface formal drawings it is suggested that the label number be placed on the back of each formal drawing of the drawings be accompanied by a set of informal drawings on which the label number is placed.



BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Bescheinigung

Die BASF Coatings AG in Münster/Deutschland hat eine Patentanmeldung unter der Bezeichnung

"Verfahren zur Bestimmung richtungsabhängiger Eigenschaften von Lackierungen"

am 9. Juli 1998 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht.

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig die Symbole G 01 B, G 01 N und G 01 J der Internationalen Patentklassifikation erhalten.

München, den 6. Juli 1999

Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Im Auftrag

Aktenzeichen: 198 30 745.4

Brand

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

**PRIORITY
DOCUMENT**SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

REC'D 16 AUG 1999

WIPO PCT

E J k v

Bescheinigung

EP 99 / 4497

Die BASF Coatings AG in Münster/Deutschland hat eine Patentanmeldung unter der
Bezeichnung

"Verfahren zur Bestimmung richtungsabhängiger Eigenschaften
von Lackierungen"

am 9. Juli 1998 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht.

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprüng-
lichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig die Symbole
G 01 B, G 01 N und G 01 J der Internationalen Patentklassifikation erhalten.

München, den 6. Juli 1999

Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Im Auftrag

Brand

Aktenzeichen: 198 30 745.4

M 19.07.98

Verfahren zur Bestimmung richtungsabhängiger Eigenschaften von Lackierungen

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Bestimmung richtungsabhängiger Eigenschaften von Lackierungen, bei welchem an einer

5 Probelaackierung entlang eines Prüfpfades mit einem oder mehreren Meßgeräten Messungen von Lackeigenschaften durchgeführt werden.

Für die Entwicklung und Qualitätskontrolle von Lacken und Anstrichstoffen ist es erforderlich, die damit erzielbaren Beschichtungen auf verschiedene

10 Eigenschaften hin zu untersuchen. Zu diesem Zweck werden Probelaackierungen hergestellt, für die sich die Bezeichnung „Prüftafel“ eingebürgert hat, da der probeweise beschichtete Gegenstand in der Regel plattenförmig ist.

Die mit Hilfe von Prüftafeln untersuchten Eigenschaften betreffen ein breites Spektrum relevanter Eigenschaften der Beschichtung. Hierzu gehören zum einen die optischen Eigenschaften und hierbei insbesondere die Farbeigenschaften der

15 Beschichtung (Farbton, Glanz, Verlauf, Effekteigenschaften, Haze, Deckvermögen). Zum anderen interessieren die mechanischen Eigenschaften, wie z.B. Härte der Beschichtung, Haftung am Untergrund und Elastizität. Schließlich interessieren weitere physikalische Eigenschaften wie das Diffusionsvermögen fremder Stoffe in der Schicht, die elektrische Leitfähigkeit der

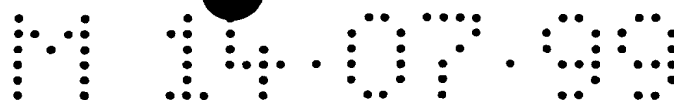
20 Schicht, das UV-Absorptionsvermögen, die FlammSchutzwirkung sowie die Beständigkeit der Schicht unter Praxisbeanspruchungen.

Für die effiziente Vermessung der Prüftafeln sind verschiedenen Verfahren entwickelt worden. So beschreibt die DE-196 40 376.6 ein automatisiertes Verfahren zur Vermessung von lackierten Prüftafeln. Dabei werden von einem

25 Roboter verschiedene Meßgeräte entlang vorgegebener Prüfpfade über die Prüftafel geführt und die gewonnenen Meßwerte elektronisch erfaßt. Die Ermittlung der Schichtdicken-Abhängigkeit von verschiedenen Parametern in einem einzigen Meßvorgang ist das Ziel der DE 196 05 520 C1. Zu diesem Zweck wird eine keilförmige Lackschicht aufgetragen und entlang eines gitterförmigen

30 Rasters werden jeweils sowohl die Schichtdicke als auch die optischen Größen vermessen.

Die genannten Verfahren haben indes den Nachteil, daß sie die Richtungsabhängigkeit der Messungen nicht ausreichend berücksichtigen. Z.B. bei Effektlackierungen, wie sie in großem Umfang in der Automobillackierung



verwendet werden, spielt jedoch die Winkelabhängigkeit optischer Eigenschaften
ein wichtige Rolle. Für die Aussagekraft der Meßwerte ist es daher unerlässlich,
daß berücksichtigt wird, unter welchen Winkelverhältnissen relativ zur
Schichtoberfläche sie gemessen wurden, und daß genügend Meßwerte
5 gewonnen werden, aus denen funktionale Zusammenhänge erkennbar sind.

Bei einer veränderlichen Schichtdicke kann es darüber hinaus wichtig sein, wie
die Meßrichtung relativ zum Schichtdickegradienten liegt. Diese gegenseitige
Abhängigkeit von Meßrichtung und Schichtdickegradienten wird bei keinem der
Verfahren nach dem Stand der Technik berücksichtigt und erst recht nicht
10 effizient erfaßt.

Die vorliegende Erfindung hat sich demgegenüber die Aufgabe gestellt, die
Nachteile des Standes der Technik zu vermeiden und ein effizient, einfach und
gegebenenfalls auch automatisch durchzuführendes Verfahren zur Verfügung zu
stellen, mit welchem in einem Meßdurchgang richtungsabhängige Meßwerte
15 sowie eine Abhängigkeit der Meßwerte vom Schichtdickegradienten erfaßt
werden können.

Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren gelöst, bei welchem an einer Probe-
lackierung entlang eines Prüfpfades mit einem oder mehreren Meßgeräten
Messungen von Lackeigenschaften durchgeführt werden. Mindestens ein
20 Meßwert soll richtungsbezogen erfaßt werden, d.h. er hängt ab von dem relativen
Winkel zwischen der Meßrichtung und einer zweiten Richtung, z.B. der
Lackoberfläche und/oder dem Schichtdickegradienten. Der Schichtdickegradient
ist dabei eine zweidimensionale Größe (Vektor), die in Richtung des steilsten
Zuwachses der Schichtdicke weist.

Weiterhin ist der Verlauf der Probelaackierung und des Prüfpfades derart, daß es
mindestens eine Schichtdicke der Probelaackierung gibt, die mindestens zweimal
und dabei mit verschiedenen Schichtdickegradienten entlang des Prüfpfades
auftritt. Während der Messung entlang des Prüfpfades wird also einmal eine
Schichtdicke SD_0 durchlaufen, in der ein bestimmter Schichtdickegradient \underline{G}_1
30 (Anwachsen oder Abnehmen der Schichtdicke) vorliegt, und diese Schichtdicke
 SD_0 wird später ein zweites Mal unter einem anderen Schichtdickegradienten \underline{G}_2
durchlaufen.

Das erfindungsgemäße Verfahren hat den Vorteil, daß in einem einzigen
Meßdurchgang (Messung entlang des Prüfpfades) für mindestens eine
35 Schichtdicke SD_0 Meßwerte unter verschiedenen Winkeln zwischen Meßrichtung

und Schichtdickegradienten G durchgeführt werden. Eine gegenseitige Abhängigkeit dieser Richtungen, die zu meßbaren Differenzen führt, wird dabei sofort erkannt. Dies ist z.B. wichtig für viele optische Eigenschaften von Effektlackierungen, bei denen derartige Abweichungen nicht erwünscht sind.

5 Vorzugsweise haben die entsprechenden Schichtdickegradienten unterschiedliches Vorzeichen, d.h. sie zeigen zu verschiedenen Seiten des Raumes und sind betragsmäßig gleich groß ($G_1 = -G_2$). Damit wird bei Konstanz sonstiger Bedingungen die reine Richtungsabhängigkeit der interessierenden Meßgröße vom Schichtdickegradienten erfaßt.

10 Die Schichtdicke entlang des Prüfpfades wird im einfachsten Falle ein Minimum oder ein Maximum haben, d.h. muldenförmig oder bergförmig verlaufen. Da sich die Schichtdicke stetig ändert, werden um das Minimum/Maximum herum alle Schichtdicken von einem kontinuierlichen Prüfpfad zweimal und mit verschiedenen Gradienten durchlaufen.

15 Insbesondere kann sich die Schichtdicke entlang des Prüfpfades symmetrisch ändern, d.h., daß die Schichtdicke aufgetragen als Funktion des Ortes eine spiegelsymmetrische Kurve ergibt. Spezielle symmetrische Verläufe dieser Art sind z.B. glocken- oder parabelförmig.

20 Eine Probelackierung der genannten Art mit Symmetrie und einem Dickemaximum kann z.B. durch Sprühen entlang einer Geraden hergestellt werden. Durch die normale Verteilung des Sprühnebels mit abnehmender Lackdicke an den Rändern des Auftrags kommt es nämlich zwangsläufig zu einem Schichtdickeprofil, das quer zur Sprühhichtung glockenförmig verläuft. Derartige Probelackierungen können also mit herkömmlichen Verfahren und Automaten hergestellt werden.

25 Der Prüfpfad kann einen sehr allgemeinen Verlauf haben. Unter dem Ausdruck "Prüfpfad" wird ganz allgemein die zeitlich geordnete Reihenfolge der Meßorte verstanden. Der Prüfpfad entspricht der Bahn, auf der die Meßgeräte über die Probelackierung gefahren werden, wobei allerdings nur die Orte, an denen Messungen stattfinden, letztendlich relevant sind.

30 Aus Gründen der Einfachheit und der maschinellen Führbarkeit der Meßgeräte wird der Prüfpfad in der Regel ohne Umkehrpunkte verlaufen und im einfachsten Falle geradlinig sein.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren können u.a. Schichtdicke, Verlauf, Farbton, Haze und/oder Glanz der Probelackierung gemessen werden. Besonders bevorzugt ist es, zu allen Meßwerten die Schichtdicke mit zu erfassen, um die Abhängigkeit dieser Werte von der Schichtdicke zu ermitteln. Außerdem können dann das Vorliegen vergleichbarer Schichtdicken und die Schichtdickegradienten zu den Meßwerten kontrolliert werden. Wenn der Schichtdickenverlauf der Probelackierung indes hinreichend konstant und reproduzierbar ist, kann u.U. auf ein derartiges Nachmessen verzichtet werden und die Schichtdicke indirekt aus dem Ort der Messung erschlossen bzw. abgeschätzt werden.

Im folgenden wird die Erfindung anhand der Figuren beispielhaft erläutert.

Fig. 1 zeigt perspektivisch die erfindungsgemäße Messung.

Fig. 2 zeigt die Schichtdicke als Funktion des Meßweges.

Fig. 3 zeigt gemessene Helligkeitswerte in Abhängigkeit von der Schichtdicke.

Figur 1 zeigt in einer Perspektive das Prinzip der erfindungsgemäßen Messung an einer Probelackierung 1.

Die Probelackierung besteht aus einem Träger 3, z.B. einer Blechtafel, und einer darauf aufgetragenen Lackschicht 2. Die Schichtdicke der dargestellten Lackschicht 2 hat einen wellenartigen, symmetrischen Verlauf mit einem Maximum in der Mitte. Der Träger 3 wird im allgemeinen wie dargestellt eben sein, obwohl er grundsätzlich auch eine beliebig gekrümmte Oberfläche haben könnte. In Fall eines ebenen Trägers liegen indes einfachere Verhältnisse vor, da die Lackoberfläche unmittelbar dem Verlauf der Schichtdicke entspricht und daher die Neigung dieser Oberfläche und der Schichtdickegradient einander entsprechende Größen sind.

Würde sich der Trägergrund uneben ändern, so würden die Schichtdicke und ihr Gradient nicht allein durch die Lackoberfläche repräsentiert. Ein Grenzfall wäre dabei eine ebene Lackoberfläche über einem unebenen Träger. In diesem Fall gäbe es keine Oberflächenneigung und daher nur den isolierten Einfluß des Schichtdickegradienten.

Weiterhin sind Prüfpfade 4a und 4b dargestellt, von denen der eine 4a in x-Richtung, der andere 4b in y-Richtung verläuft. Auf den Pfaden sind exemplarisch Gradientenvektoren 5a, 5a' und 5b, 5b' eingezeichnet, die alle bei denselben Schichtdicken SD_0 liegen sollen. Die Gradienten liegen parallel zur

Ebene des Trägers 3 und zeigen in die Richtung des maximalen Wachstums der Schichtdicke. Wenn die Messung entlang eines Prüfpfades 4a ausgeführt wird, so wird zunächst bei der Schichtdicke SD_0 mit einem positiven Gradienten $5a$ gemessen und anschließend bei derselben Schichtdicke SD_0 mit einem negativen Gradienten $5a'$.

Ähnliches gilt für den Prüfpfad 4b, der in parallelen Abschnitten durchlaufen wird. Neben den exemplarisch dargestellten Pfaden 4a, 4b sind auch zahlreiche andere Arten von Prüfpfaden möglich.

Die mathematische Definition der vektoriellen Gradienten \underline{G} erfolgt über die Ableitung der Funktion $f(\underline{r})$, welche in einem Koordinatensystem mit (zweidimensionalen) Ortsvektor \underline{r} die Oberfläche der Lackschicht 2 beschreibt, also

$$\underline{G} := \text{grad}(f) = \nabla f = df / d\underline{r}$$

Durch den Pfeil 6 ist die Beobachtungsrichtung eines Meßgerätes, z.B. eines farbmtrischen Gerätes symbolisiert. Während es grundsätzlich möglich ist, daß sich die Beobachtungsrichtung entlang des Prüfpfades ändert, ist es ein Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens, daß sie konstant bleiben kann (d.h. nur parallel verschoben wird). Hierdurch vereinfacht sich die Führung der Meßgeräte erheblich. Die für die Messung erforderlichen Richtungsvariationen werden bei dieser Anordnung durch den speziellen erfindungsgemäßen Verlauf der Schichtdicke und des Prüfpfades erzielt.

Figur 2 zeigt schematisch die Auftragung der Schichtdicke $SD(x)$ der Lackschicht 2 aus Figur 1 über der auf dem Prüfpfad 4a zurückgelegten Wegstrecke x . Erkennbar ist der wellenförmige Verlauf mit den Gradienten \underline{G}_1 und \underline{G}_2 bei der Schichtdicke SD_0 . Aufgrund des geradlinigen Verlaufes des Prüfpfades 4a quer zur Lackschwelle entsprechen die Gradienten in diesem Falle der Ableitung dSD / dx .

Figur 3 zeigt schließlich eine reale Messung der Helligkeit L^* (CIELAB-System) nach dem in Figur 1 dargestellten Prinzip (Pfad 4a). Die Helligkeit ist in einem Diagramm in Abhängigkeit von der Schichtdicke SD aufgetragen. Die korrespondierenden Schichtdicken können entweder gleichzeitig mit der Helligkeit gemessen oder aber aus einem bekannten Zusammenhang zwischen

M 14.07.99
6

Schichtdicke SD und auf dem Prüfpfad zurückgelegter Wegstrecke x (vgl. Figur 2) berechnet werden.

Die eingetragenen Meßwerte sind für den ansteigenden und den abfallenden Teil des Prüfpfades mit unterschiedlichen Symbolen dargestellt. Es gibt daher

5 erkennbar für jede Schichtdicke SD_0 zwischen ca. 10 und 25 μm zwei Meßwerte zu zwei verschiedenen Gradienten. Dabei fällt auf, daß diese Meßwerte nach Art einer Hysterese divergieren, d.h., daß die Lackierung aus zwei um 180°

gedrehten Blickrichtungen (und ansonsten gleichen Bedingungen) verschieden

10 aussieht. Eine derartige Differenz ist indes nicht tolerierbar, was für den entsprechenden Lack unmittelbar anhand der einen erfindungsgemäßen Messung

herausgefunden werden kann.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Bestimmung richtungsabhängiger Eigenschaften von Lackierungen,
wobei an einer Probelackierung entlang eines Prüfpfades mit einem oder mehreren Meßgeräten Messungen von Lackeigenschaften durchgeführt werden,
dadurch gekennzeichnet, daß
 - a) mindestens ein Meßwert richtungsbezogen erfaßt wird und
 - b) es mindestens eine Schichtdicke der Probelackierung gibt, die zweimal und mit verschiedenen Schichtdickegradienten entlang des Prüfpfades auftritt.
2. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, daß die entsprechenden Schichtdickegradienten unterschiedliches Vorzeichen haben.
3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2,
dadurch gekennzeichnet, daß die Schichtdicke entlang des Prüfpfades ein Minimum oder ein Maximum hat.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3,
dadurch gekennzeichnet, daß die Schichtdicke sich entlang des Prüfpfades symmetrisch ändert, vorzugsweise indem sie glocken- oder parabelförmig ist.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4,
dadurch gekennzeichnet, daß die Probelackierung durch Sprühen entlang einer Geraden hergestellt wird.

11.14.07.99

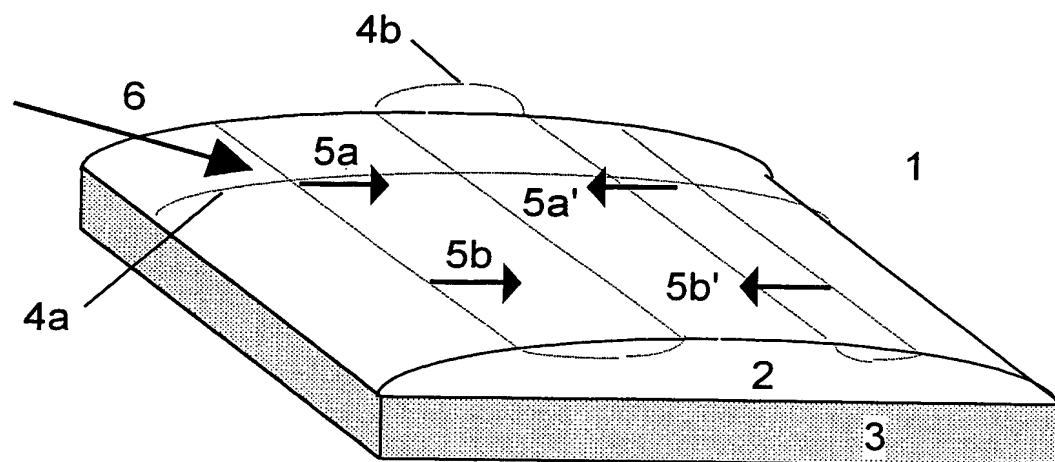
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5,
dadurch gekennzeichnet, daß der Prüfpfad ohne Umkehrpunkte,
vorzugsweise geradlinig verläuft.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6,
dadurch gekennzeichnet, daß hiermit Schichtdicke, Verlauf,
Farbton, Haze und/oder Glanz der Probelackierung gemessen wird.

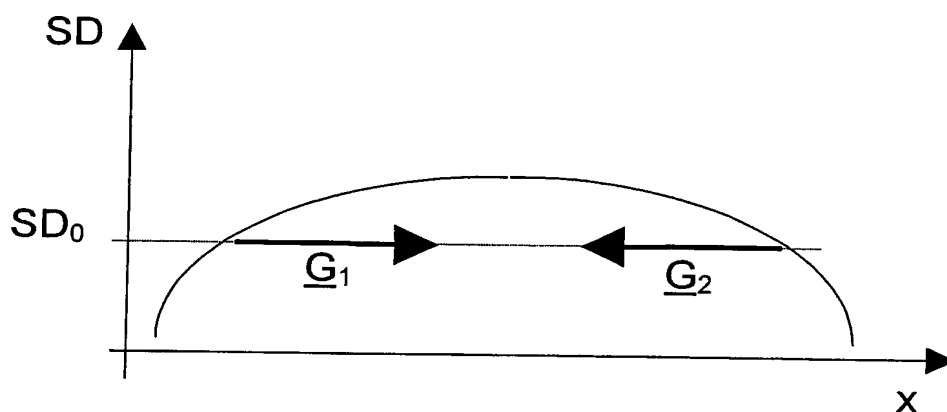
Zusammenfassung

Verfahren zur Bestimmung richtungsabhängiger Eigenschaften von Lackierungen, wobei an einer Probelackierung entlang eines Prüfpfades (4a, 4b) mit einem oder mehreren Meßgeräten Messungen von Lackeigenschaften durchgeführt werden und mindestens ein Meßwert richtungsbezogen (6) erfaßt wird. Die Probelackierung verläuft dabei derart, daß Stellen gleicher Schichtdicke (2) mit verschiedenen Schichtdickegradienten (5) entlang des Prüfpfades auftreten.

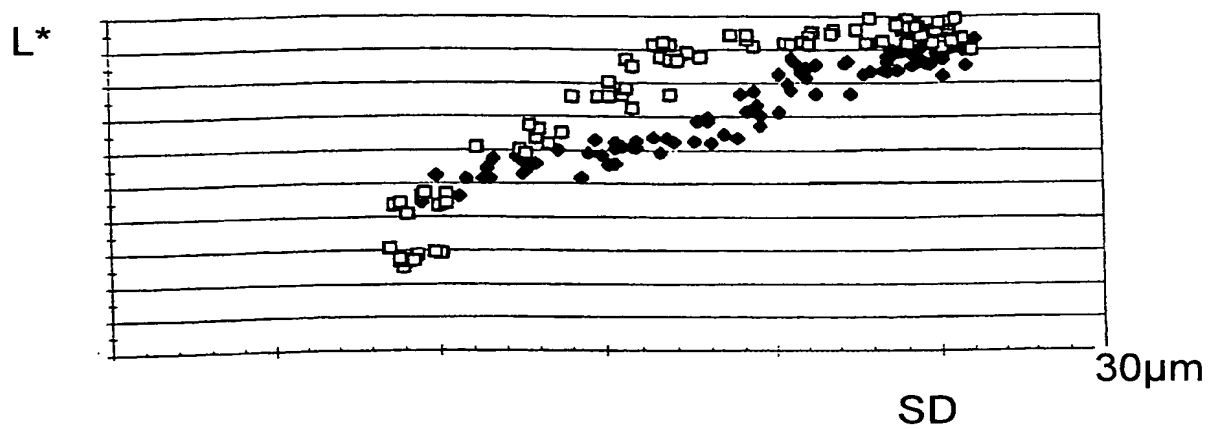
Fig. 1



Figur 1



Figur 2



Figur 3